

BEST AVAILABLE COPY

PCT/JP03/07466

11.06.03

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

REC'D 01 AUG 2003

WIDE BET

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2002年 6月12日

出願番号
Application Number: 特願2002-171010
[ST. 10/C]: [JP2002-171010]

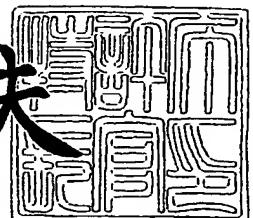
出願人
Applicant(s): 日本板硝子株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 7月11日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3056630

【書類名】 特許願

【整理番号】 02P264

【あて先】 特許庁長官 殿

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 7 番 2 8 号 日本板硝子株式会社内

【氏名】 横井 浩司

【特許出願人】

【識別番号】 000004008

【氏名又は名称】 日本板硝子株式会社

【代表者】 出原 洋三

【代理人】

【識別番号】 100069084

【弁理士】

【氏名又は名称】 大野 精市

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012298

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9706787

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 多孔質薄片状無機物質、その製造方法およびそれを配合した化粧料

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 無機コロイド粒子を含有するコロイド溶液を基板に塗布し、乾燥固化させた後、前記基板から剥離させ、熱処理する多孔質薄片状無機物質の製造方法。

【請求項 2】 上記無機コロイド粒子は、粒径が $5 \sim 500 \text{ nm}$ であり、二酸化ケイ素(SiO_2)、酸化マグネシウム(MgO)、酸化アルミニウム(Al_2O_3)、酸化ジルコニウム(ZrO_2)、酸化亜鉛(ZnO)、酸化クロム(Cr_2O_3)、二酸化チタン(TiO_2)および酸化鉄(Fe_2O_3)からなる群より選ばれた少なくとも一種を主成分とするものである請求項 1 に記載の多孔質薄片状無機物質の製造方法。

【請求項 3】 請求項 1 または 2 に記載の方法で製造された多孔質薄片状無機物質。

【請求項 4】 比表面積が $100 \sim 3,000 \text{ m}^2/\text{g}$ 、粒径が $5 \sim 500 \mu\text{m}$ 、厚さが $0.1 \sim 5 \mu\text{m}$ およびアスペクト比が $5 \sim 300$ である請求項 3 に記載の多孔質薄片状無機物質。

【請求項 5】 請求項 3 または 4 に記載の多孔質薄片状無機物質を配合した化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は、化粧料、塗料、樹脂、フィルムまたはインキなどのフィラーとして使用される多孔質薄片状無機物質およびその製造方法に関する。さらには、その多孔質薄片状無機物質を配合した化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】

マイカまたはガラスフレークなどの薄片状無機物質は、防蝕・防錆性能および機械的強度を高めるために、塗料、樹脂、フィルムまたはインキなどにフィラー

として添加される。また、化粧品に配合された場合は、その滑り性またはフィット感を向上させる。

【0003】

表面および内部に多数の細孔を有する多孔質物質は、その細孔の中に種々の溶液などを保持できる。そのため、多孔質物質を化粧品に配合すれば、給油量の調整により化粧持ちがよくなったり、その吸水性により保湿性が改善したり、香料の徐放性により香りの持続性が改善したりする。また、塗料、樹脂、フィルムまたはインキに配合した場合は、香料、顔料、着色剤もしくは触媒などの機能剤の担持体として機能し、またそれ自体が触媒として機能して、これらに種々の機能を新たに付与することができる。

【0004】

化粧品、塗料、樹脂、フィルムまたはインキなどに使用される多孔性物質は、その多くが球形または不定形のものであった（特開 2001-158717 公報）。そのため、凝集して取扱いが困難となったり、とくに化粧品においては、肌での感触たとえばのびが良くなかったりなど種々の問題を抱えていた。

【0005】

そこで、多孔質物質による上記諸機能を発揮しつつ、凝集し難い多孔質薄片状無機物質が研究され、既に開発されている。この多孔性薄片状無機物質の製造方法としては、たとえば特開昭 63-277582 号公報に、溶液中に薄片形成後に除去可能な物質（たとえば、酸により溶解する金属または焼成により除去される有機高分子）を予め分散させておいて、この溶液から薄片を成形した後、前記除去可能な物質を除去する方法が記載されている。また、特開平 11-322338 号公報には、チタンアルコキシドに希土類元素に属する金属イオンを導入し、細孔形状を制御しながらその複合酸化物を得た後、前記希土類元素に属する金属を前記複合酸化物から溶出させる多孔質酸化チタンの製造方法、ならびにその多孔質薄片状酸化チタンを配合した化粧料が記載されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

ところが、特開昭 63-277582 号公報に記載の方法では、除去可能な物

質を予め溶液中に分散させておかなければならず、溶液の調合に工数がかかったり、あるいは溶液の種類によっては、除去可能な物質を添加すると溶液の性質が変わってしまうため、除去可能な物質の選定が困難であるなどの問題があった。

【0007】

また、特開平11-322338号公報に記載の多孔質酸化チタンの製造方法では、原料が高価である、工程が複雑で経済的でないという問題があった。さらに、酸化チタンに限定すると、その高い屈折率のため、化粧料、樹脂またはフィルムなどに配合した場合に、白浮または白濁を生じる問題もあった。

【0008】

この発明は、以上のような問題点に着目してなされたものである。その目的とするところは、多孔質に由来する種々の機能を発揮でき、かつ、凝集による取扱い性の低下などの問題を生じない多孔質薄片状無機物質、ならびに安価、かつ、簡便に多孔性薄片状無機物質を製造する方法を提供することにある。さらには、この多孔質薄片状無機物質の諸機能を有効に利用した化粧料を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために、本発明者は、鋭意研究の結果、無機コロイド粒子を含有するコロイド溶液を基板に塗布し、乾燥固化させた後、前記基板から剥離させ、熱処理することにより、多孔質薄片状無機物質を容易に製造できることを見出した。また、無機コロイド粒子を所定の金属酸化物に限定することにより、多孔質薄片状無機物質の屈折率を一定の範囲で任意に調整できることも見出した。さらに、多孔質薄片状無機物質を化粧料に配合することにより、その使用感および保湿性を改善しつつ、白浮を効果的に防止できることも見出した。

【0010】

【発明の実施の形態】

以下、発明の実施の形態について、詳細に説明する。

【0011】

コロイド溶液において、無機コロイド粒子は、その粒径が不均一であってもよ

いが、粒径 5～500 nm のものが好ましい。粒径が 5 nm 未満では、多孔質薄片状無機物質の細孔が小さくなりすぎ、多孔質に由来する諸機能が発揮され難くなる。一方、粒径が 500 nm を超えると、細孔が大きくなりすぎ、多孔質薄片状無機物質の機械的強度が弱くなり、実使用に適さなくなる。さらに好ましくは、10～400 nm である。なお、無機コロイド粒子が結合してバルク状となる際に、コロイド粒子間の隙間が細孔として固定・形成され则认为られる。

【0012】

無機コロイド粒子は、その種類をとくに限定されるものではないが、二酸化ケイ素(SiO_2)、酸化マグネシウム(MgO)、酸化アルミニウム(Al_2O_3)、酸化ジルコニウム(ZrO_2)、酸化亜鉛(ZnO)、酸化クロム(Cr_2O_3)、二酸化チタン(TiO_2)および酸化鉄(Fe_2O_3)からなる群より選ばれた少なくとも一種を主成分とするものが好ましい。ちなみに、これらの屈折率は、 SiO_2 が 1.46、 MgO が 1.74、 Al_2O_3 が 1.76、 ZrO_2 が 2.20、 Cr_2O_3 が 2.50、 TiO_2 が 2.52 (アナターゼ型) または 2.72 (ルチル型)、ならびに Fe_2O_3 が 3.01 である。前記金属酸化物の中からいずれか一種を適宜選択し、あるいは複数種を適宜組み合わせることにより、多孔質薄片状無機物質の屈折率を調整することができる。複数種を組み合わせる場合、屈折率には加法性が成り立つので、多孔質薄片状無機物質の屈折率は、前記成分の配合比から容易に算出できる。無機コロイド粒子としては、市販の前記粒径の微粒子またはゾル溶液でもよいし、金属アルコキド、金属塩、金属有機酸化物、金属塩化物または金属硝酸化物などから合成したものでもよい。

【0013】

コロイド溶液は、無機コロイド粒子を固形分含有率で 1～50 重量%となるように溶媒に分散したものが好ましい。溶媒は、水またはエタノールもしくはイソプロピルアルコールなどの有機溶剤、あるいはこれらの混合物でもよい。固形分含有率が 1 重量%未満では、溶媒が大量に必要となり非効率的である。一方で 50 重量%を超えると、溶液の粘度が高くなりすぎる。

【0014】

コロイド溶液には、無機コロイド粒子間の結合を助けるために、テトラメトキ

シシリケートなどの金属アルコキシドを少量添加してもよい。金属アルコキシドは非水系であるので、水溶媒中に添加する場合は、有機溶剤と一緒に添加する必要がある。その添加量は、無機コロイド粒子の重量に対して、30重量%以下が適当である。添加量がこれより多いと、無機コロイド粒子間の隙間が金属アルコキシド由来の金属酸化物で埋まってしまい、多孔質薄片状無機物質の細孔が少なくなってしまう。金属アルコキシドを添加する場合、反応促進の触媒として酸またはアルカリも添加することが好ましい。さらに、コロイド溶液には、粘度調整剤および塗布し易くするための界面活性剤を適宜添加してもよい。

【0015】

上記のコロイド溶液を基板に塗布し、塗布液の溶媒を蒸発させて固形化し、その固形化した塗布膜をスクレーパーなどで掻き取り回収する。回収した薄片を200℃～1,200℃で0.1～24時間熱処理することで、比表面積の大きな多孔質薄片状無機物質が得られる。この熱処理の温度と時間とを制御することにより、前記比表面積をある程度調整できる。熱処理の温度と時間との相乗効果が多孔質の形状すなわち比表面積に影響を及ぼすので、温度だけまたは時間だけで最適範囲を決定することはできない。200℃未満では、細孔中に残留している溶液が十分に除去されず、一方1,200℃を超えると、粘性流動などが始まり細孔が潰れるため、細孔の状態を制御することが困難になる。熱処理時間が0.

1時間未満では、細孔中に残留する溶液が十分に除去されず、一方で24時間を超えると、製造工程が非経済的となる。多孔質薄片状無機物質の比表面積は、100～3,000 m^2/g が好適である。

【0016】

上記熱処理後、必要に応じて、粉碎分級を行い、所定の粒度に調製する。多孔質薄片状無機物質は、その形状をとくに限定されるものではないが、粒径が5～500 μm 、好ましくは8～300 μm 、厚さが0.1～5 μm 、好ましくは0.2～2.5 μm 、アスペクト比が5～300、好ましくは8～200のものが適当である。粒径が5 μm 未満では、凝集してダマになり易く、一方で粒径が500 μm を超えると、機械的に壊れ易くなるなどの不具合が生じ易い。厚さが0.1 μm 未満では、製造が困難で、かつ、割れ易いなどの問題が生じ易く、一方

で5 μ mより厚くなると、化粧料に配合した場合に使用感が悪い、あるいは塗料にフィラーとして練り込んだ場合に塗膜に凹凸ができて見栄えが悪くなるなどの問題が生じ易い。アスペクト比が5未満では、凝集を起こしてダマになり易い、化粧料に配合した場合に使用感が悪いなどの欠点が生じ易い。一方、アスペクト比300を超えると、機械的に壊れ易いという不具合が生じ易い。

【0017】

多孔質薄片状無機物質を化粧料に配合することにより、給油量の調整が可能となり、化粧持ちをよくしたり、その吸水性を利用して保湿性を改善したり、細孔中に香料を含有させ徐放性を持たせたりといった新たな機能を化粧料に付与できる。また、顔料、着色剤および触媒などの機能剤の担持体として化粧料に配合してもよい。

【0018】

化粧料において、多孔質薄片状無機物質の含有率は、とくに限定はされるものではないが、0.1～95重量%が好ましい。0.1重量%未満では、上記の諸効果が現れ難く、一方で95重量%を超えると、化粧品としての特性が損なわれ易い。さらに好ましくは、3～70重量%である。

【0019】

多孔質薄片状無機物質は、化粧料の形態に応じて適宜疎水化処理を行ってもよい。疎水化処理の方法としては、メチルヒドロジェンポリシロキサン、高粘度シリコンオイルまたはシリコン樹脂などのシリコン化合物による処理、アニオン活性剤またはカチオン活性剤などの界面活性剤による処理、ナイロン、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレン、フッ素樹脂またはポリアミノ酸などの高分子化合物による処理、パーフルオロ基含有化合物、レシチン、コラーゲン、金属石鹸、親油性ワックス、多価アルコール部分エステルまたは完全エステルなどによる処理、あるいはこれらの複合処理が挙げられる。ただし、一般に粉末の疎水化処理に適用できる方法であればよく、前記の方法に限定されるものではない。

【0020】

この発明の化粧料には、多孔質薄片状無機物質のほかに、通常化粧料に用いら

れる他の成分を必要に応じて適宜配合することができる。他の成分としては、無機粉末、有機粉末、顔料、色素、油性成分、有機溶剤、樹脂または可塑剤などが挙げられる。

【0021】

無機粉末としては、たとえばタルク、カオリン、セリサイト、白雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、バーミキュライト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ケイソウ土、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、硫酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、シリカ、ヒドロキシアパタイト、ゼオライト、窒化ホウ素またはセラミックスパウダーが挙げられる。

【0022】

有機粉末としては、たとえばナイロンパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリ四フッ化エチレンパウダー、ジスチレンベンゼンポリマーパウダー、エポキシパウダーまたはアクリルパウダーが挙げられる。

【0023】

顔料としては、二酸化チタンもしくは酸化亜鉛などの無機白色顔料、酸化鉄（ベンガラ）もしくはチタン酸鉄などの無機赤色系顔料、 γ 酸化鉄などの無機褐色系顔料、黄酸化鉄もしくは黄土などの無機黄色系顔料、黒酸化鉄もしくはカーボンブラックなどの無機黒色系顔料、マンゴバイオレットもしくはコバルトバイオレットなどの無機紫色系顔料、酸化クロム、水酸化クロムもしくはチタン酸コバルトなどの無機緑色系顔料、群青もしくは紺青などの無機青色系顔料、二酸化チタン被覆雲母、二酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、オキシ塩化ビスマス、二酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔もしくは着色二酸化チタン被覆雲母などのパール顔料、またはアルミニウムパウダーもしくは銅パウダーなどの金属粉末顔料などが例示される。

【0024】

色素としては、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色228号、赤色405号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色40

1号または青色404号などの有機顔料、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、緑色3号または青色1号のジルコニウム、バリウムもしくはアルミニウムレーキなどの有機顔料、あるいはクロロフィルまたは β -カロチンなどの天然色素などが例示される。

【0025】

油性成分としては、スクワラン、流動パラフィン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス、オケゾライト、セレシン、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、セチルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、2-エチルヘキサン酸セチル、パルミチン酸-2-エチルヘキシル、ミリスチン酸2-オクチルドデシル、ジ-2-エチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセロール、オレイン酸-2-オクチルドデシル、ミリスチン酸イソプロピル、トリイソステアリン酸グリセロール、トリヤシ油脂肪酸グリセロール、オリーブ油、アボガド油、ミツロウ、ミリスチン酸ミリスチル、ミンク油、ラノリンなどの各種炭化水素、シリコーン油、高級脂肪酸、油脂類のエステル類、高級アルコールまたはロウが例示される。

【0026】

また、アセトン、トルエン、酢酸ブチルもしくは酢酸エステルなどの有機溶剤、アルキド樹脂もしくは尿素樹脂などの樹脂、カンファもしくはクエン酸アセチルトリブチルなどの可塑剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、防腐剤、界面活性剤、保湿剤、香料、水、アルコールまたは増粘剤などを適宜化粧料に配合してもよい。

【0027】

この発明の化粧料の形態は、とくに限定されるものではなく、粉末状、ケーキ状、ペンシル状、スティック状、軟膏状、液状、乳液状またはクリーム状などいずれの形態でもよい。具体的には、化粧水、乳液またはクリームなどのフェーシャル化粧料、ファンデーション、口紅、アイシャドー、頬紅、アイライナー、ネイルエナメルまたはマスカラなどのメイクアップ化粧料などが例示される。

【0028】

なお、この多孔質薄片状無機物質は、樹脂練り込み、フィルム、インキまたはペイントなどのフィラーとしても使用できる。また、それ自体が触媒として、あるいは触媒の担持体として使用できる。

【0029】

【実施例】

以下に実施例に基づいて、この発明を詳細に説明するが、下記実施例に限定するものではない。

【0030】

(実施例 1～6)

粒径約 20 nm のコロイダルシリカ（シリカドール 30 AL 水分散 固形分含有率約 30 重量% 日本化学工業製）500 g、エタノール 160 g、シリコンメトキシド（多摩化学工業株式会社製）30 g および水 150 g を攪拌機で均一に混合し、50℃で 12 時間養生して、シリカゾル溶液（コロイド溶液）を作製した。このシリカゾル溶液を 10 cm 角のステンレス板に乾燥後の厚さが 1.0 μ m になるようにディッピング法で塗布した。このステンレス板を 120℃の乾燥炉に 5 分間入れ、塗膜を乾燥させた後、スクレーパーで擦って剥離させて薄片を回収した。この薄片を、アルミナるつぽに入れ下記「表 1」に示す温度および時間で焼成して、多孔質薄片状無機物質を製造した。この多孔質薄片状無機物質を乳鉢ですり下ろし、平均粒径を約 10 μ m（厚さ 1 μ m アスペクト比 10）とした。その比表面積を比表面積計（NOVA 1000 ユアサアイオニクス株式会社製）を用いて、また屈折率を浸液法により測定した。その測定結果を下記「表 1」に示す。

【0031】

また、多孔質薄片状無機物質の給油量を測定した。測定は、JIS K5101-1991 顔料試験方法 21. 給油量に準じて行った。いずれの実施例でも給油量は 125 ml / 100 g 以上の値を示しており、給油量が大きいことが判る。また、比表面積の増大に伴い、給油量が増大する傾向にあることも判る。したがって、上記の焼成温度および焼成時間を調整することにより、多孔質薄片状無機物質の給油量をある程度任意に設定でき、化粧品の特性に応じた給油量と

することができる。

【0032】

【表1】

実施例	1	2	3	4	5	6
焼成温度 (°C)	400	400	600	600	800	1000
焼成時間 (h)	0.5	20	0.5	15	0.5	0.5
比表面積 (m ² /g)	220	210	200	180	130	100
屈折率	1.30	1.30	1.31	1.34	1.38	1.40
給油量 (ml/100g)	200	195	190	180	140	125

【0033】

(比較例 1～2)

金属アルコキシドであるシリコンメトキシド (多摩化学工業株式会社製) 490 g に、エタノール 500 g、水 800 g および溶液の pH が 2 程度になるように硝酸を適量添加して、攪拌機で均一に混合した。その後、50℃で8時間養生して、塗布溶液を作製した。この塗布溶液を用いて、上記実施例 1～6 と同様にして、ただし焼成温度および焼成時間を下記「表 2」の通りに変更して、シリカ薄片を製造した。このシリカ薄片の比表面積と給油量とを上記同様の手段で測定した。その測定結果を下記「表 2」に示す。

【0034】

【表 2】

比較例	1	2
焼成温度 (°C)	400	800
焼成時間 (h)	0.5	0.5
比表面積 (m ² /g)	20	5
給油量 (ml/100g)	50	35

【0035】

このシリカ薄片の比表面積は20以下であり、実施例1～6の多孔質薄片状無機物質のそれと比べて極めて小さい。また、シリカ薄片の給油量は50以下であり、これも極めて小さいことが判る。

【0036】

(実施例7)

粒径20nmのシリカコロイド(シリカドール30A 水分散 固形分含有率約30重量% 日本化学工業株式会社製)530g、粒径250nmのチタニア粒子(CR-50 ルチルタイプ 石原産業株式会社製)40g、エタノール150gおよび水150gを混合し、ビーズミルを用いて均一に分散混合して、二酸化ケイ素のコロイド粒子と二酸化チタンのコロイド粒子とを含有するコロイド溶液を作製した。このコロイド溶液を10cm角のステンレス板に乾燥後の厚さが2.0μmになるようにディッピング法で塗布した。ステンレス板を120℃の乾燥炉に5分間入れ、塗膜を乾燥させた後、スクレーパーで擦って薄片を剥離させ回収した。この薄片を400℃で1時間焼成し、シリカーチタニア複合型の多孔質薄片状無機物質を製造した。この多孔質薄片状無機物質を乳鉢ですり下ろし、平均粒径50μm(アスペクト比25)とした。この多孔質薄片状無機物質

は、比表面積が $350 \text{ m}^2/\text{g}$ 、屈折率が 1.52 および給油量が $270 \text{ ml}/100 \text{ g}$ であった。

- 【0037】

(実施例 8)

粒径 20 nm のシリカコロイド (シリカドール 30A 水分散 固形分含有率約 30% 日本化学工業株式会社製) 470 g 、粒径 60 nm の酸化鉄粒子 (FR0-6 堺化学工業株式会社製) 60 g 、エタノール 150 g および水 150 g を混合し、ビーズミルを用いて均一に分散混合して、二酸化ケイ素のコロイド粒子と酸化鉄のコロイド粒子を含有するコロイド溶液を作製した。この溶液を 10 cm 角のステンレス板に乾燥後の厚さが $0.5 \mu\text{m}$ となるようにディッピング法で塗布した。このステンレス板を 120°C の乾燥炉に 5 分間入れ、塗膜を乾燥させた後、スクレーパーで擦って薄片を剥離させ回収した。この薄片を 400°C で 1 時間焼成して、シリカー酸化鉄複合型の多孔質薄片状無機物質を製造した。この多孔質薄片状無機物質を乳鉢ですり下ろし、粒径約 $20 \mu\text{m}$ (アスペクト比 40) とした。この多孔質薄片状無機物質は、比表面積が $270 \text{ m}^2/\text{g}$ 、屈折率が 1.71 および給油量が $320 \text{ ml}/100 \text{ g}$ であった。

【0038】

つぎに、実施例 1～8 で製造した多孔質薄片状無機物質または比較例 1～2 で製造したシリカ薄片を化粧品に配合して、その使用感を評価した。化粧料の評価は、パネラー 10 人による、のび、つき、さらさら感、保湿感および化粧持ち (肌に塗布してから 4 時間後の化粧くずれ) の 5 項目に関する 1～5 の 5 段階の官能評価である。なお、以下の実施例および比較例の評価結果では、パネラー 10 人の評価結果を平均して、その平均値を下記の 5 ランクに分け、各ランクに該当する記号で表す。

◎… 4.5 以上 5.0 まで

○… 3.5 以上 4.5 未満

●… 2.5 以上 3.5 未満

△… 1.5 以上 2.5 未満

×… 1.0 以上 1.5 未満

【0039】

(実施例 9: パウダーファンデーション)

以下に示す成分配合率で、パウダーファンデーションを調製した。

(1) 二酸化チタン	7
(2) タルク	20
(3) 白雲母	3
(4) 実施例 1 の多孔質薄片状無機物質	55
(5) ナイロンパウダー	2
(6) 赤色酸化鉄	0.5
(7) 黄色酸化鉄	1
(8) 黒色酸化鉄	0.1
(9) シリコンオイル	1
(10) バルミチン酸 2-エチルヘキシル	9
(11) セスキオレイン酸ソルビタン	1
(12) 防腐剤	0.3
(13) 香料	0.1 (重量%)

【0040】

成分 (1) ~ (8) をヘンシェルミキサーで混合し、この混合物に対して成分 (9) ~ (13) を加熱溶解混合したものを添加混合した後、パルベライザーで粉砕し、これを直径 5.3 mm の中皿に 160 kg/cm² の圧力で成型して、パウダーファンデーションを調製した。

【0041】

(比較例 3: パウダーファンデーション)

実施例 9 において、成分 (4) の多孔質薄片状無機物質を比較例 1 のシリカ薄片に換えた以外は同様にして、パウダーファンデーションを調製した。

(実施例 10: 固形白粉)

【0042】

以下に示す成分配合率で、白粉を調製した。

(1) タルク	10.0
---------	------

(2) カオリン	5.0
(3) 二酸化チタン	5.0
(4) ミリスチン酸亜鉛	5.0
(5) 炭酸マグネシウム	5.0
(6) セリサイト	15.0
(7) 実施例3の多孔質薄片状無機物質	50.0
(8) 着色顔料	適量
(9) スクワラン	3.0
(10) トリイソオクタン酸グリセリン	適量
(11) 防腐剤、酸化防止剤	適量
(12) 香料	適量 (重量%)

【0043】

成分(1)および(8)をブレンダーでよく混合し、それに成分(2)～(7)を添加してよく混合してから、成分(9)～(11)を加え、成分(12)を噴霧し、均一に混合した。これを粉砕機で粉砕した後、中皿に圧縮成型した。

【0044】

(比較例4：固形白粉)

実施例10において、成分(7)の多孔質薄片状無機物質を比較例2のシリカ薄片に換えた以外は同様にして、白粉を調製した。

【0045】

(実施例11：パウダースプレー)

以下の成分配合率で、パウダースプレーを調製した。

(1) アルミニウムクロロハイドレート	30.0
(2) 実施例2の多孔質薄片状無機物質	20.0
(3) シリコン処理タルク	15.0
(4) トリクロサン	0.1
(5) ミリスチン酸イソプロピル	21.9
(6) ジメチルポリシロキサン	10.0
(7) ソルビタン脂肪酸エステル	3.0

(8) 香料

適量 (重量%)

【0046】

成分(1)～(8)を混合したものをエアゾール容器に入れ、バルブを装着し、噴射剤を充填した。

【0047】

(比較例5:パウダースプレー)

実施例11において、成分(2)の多孔質薄片状無機物質を比較例2のシリカ薄片に換えた以外は同様にして、パウダースプレーを調製した。

【0048】

(実施例12:油性スティックファンデーション)

以下の成分配合率で、油性スティックファンデーションを調製した。

(1) 実施例5の多孔質薄片状無機物質	13.0
(2) 二酸化チタン	7.0
(3) カオリン	20.0
(4) タルク	2.0
(5) マイカ	3.3
(6) 赤酸化鉄	1.0
(7) 黄酸化鉄	3.0
(8) 黒酸化鉄	0.2
(9) 固形パラフィン	3.0
(10) マイクロクリスタリンワックス	7.0
(11) ワセリン	15.0
(12) ジメチルポリシロキサン	3.0
(13) スクワラン	5.0
(14) パルミチン酸イソプロピル	17.0
(15) 酸化防止剤	適量
(16) 香料	適量 (重量%)

【0049】

成分(9)～(15)を85℃で溶解させ、この溶液に成分(1)～(8)を

添加し、ディスパーで混合した後、コロイドミルで分散させた。その後(16)を添加し、脱気後70℃で容器に流し込み冷却し、油性スティックファンデーションを調製した。

【0050】

(比較例6：油性スティックファンデーション)

実施例12において、成分(1)の多孔質薄片状無機物質を比較例2のシリカ薄片に換えた以外は同様にして、油性スティックファンデーションを調製した。

【0051】

実施例9～12と比較例3～6との官能試験の結果を下記「表3」に示す。

【0052】

【表3】

	のび	つき	さらさら感	保湿感	化粧持ち
実施例9	○	◎	◎	◎	◎
実施例10	○	◎	◎	◎	◎
実施例11	○	◎	◎	○	◎
実施例12	○	◎	◎	○	◎
比較例3	○	○	△	△	○
比較例4	○	○	△	△	○
比較例5	○	○	△	△	○
比較例6	○	○	△	△	○

【0053】

表3より、実施例9～12の化粧料は、つき、さらさら感、保湿感および化粧持ちにすぐれ、多孔質薄片状無機物質の機能が有効に発揮されていることが判る。

【0054】

(実施例13: 乳化ファンデーション)

以下の成分配合率で、乳化ファンデーションを調製した。

(1) ステアリン酸	0.4
(2) イソステアリン酸	0.3
(3) 2-エチルヘキサン酸セチル	4
(4) 流動パラフィン	11
(5) ポリオキシエチレン(10)ステアリルエーテル	2
(6) タルク	8
(7) 顔料	4
(8) セチルアルコール	0.3
(9) 防腐剤	0.07
(10) 実施例7の多孔質薄片状無機物質	10
(11) トリエタノールアミン	0.42
(12) プロピレングリコール	5
(13) 防腐剤	0.02
(14) イオン交換水	54.19
(15) 香料	0.3 (重量%)

【0055】

成分(1)～(9)を85℃に加熱溶解混合した後、成分(10)を添加し均一に分散させた。これに成分(11)～(14)を85℃に加熱溶解混合した混合物を徐々に添加し乳化させた。乳化時の温度を10分間保持して攪拌した後、攪拌しながら冷却して45℃にした。これに成分(15)を加え35℃まで攪拌冷却を続けた。生成物を取り出し、容器に充填して乳化ファンデーションを調製した。この乳化ファンデーションの評価結果を、下記「表4」に示す。

【0056】

【表4】

のび	つき	さらさら感	保湿感	化粧持ち
----	----	-------	-----	------

実施例 13	○	◎	◎	◎	◎
--------	---	---	---	---	---

【0057】

(実施例 14: 頬紅)

以下の成分配合率で、頬紅を調製した。

(1) カオリン	19.0
(2) 実施例 5 の多孔質薄片状無機物質	5.0
(3) ベンガラ	0.3
(4) 赤色 202 号	0.5
(5) セレシン	15.0
(6) ワセリン	20.0
(7) 流動パラフィン	25.0
(8) イソプロピルミリスチン酸エステル	15.0
(9) 酸化防止剤	適量 (重量%)

【0058】

成分 (1) ~ (4) を成分 (7) の一部に加え、ローラーで処理した (顔料部)。一方で (4) を (10) の一部に溶解させた (染料部)。 (5) ~ (9) を 90℃ に加熱し溶解させ、前記顔料部を加えて、ホモミキサーで均一に分散させた。分散後、所定の容器に充填して頬紅を調製した。その評価結果を下記「表 5」に示す。

【0059】

【表 5】

	のび	つき	さらさら感	保湿感	化粧持ち
実施例 14	○	◎	◎	◎	◎

【0060】

(実施例 15:口紅)

以下の成分配合率で、口紅を調製した。

(1) 炭化水素ワックス	20	
(2) キャンデリラワックス	3	
(3) グリセリルイソステアレート	40	
(4) 流動パラフィン	26.8	
(5) 二酸化チタン	4	
(6) 実施例 8 の多孔質薄片状無機物質	4	
(7) 有機顔料	2	
(8) 香料	0.2	(重量%)

【0061】

成分 (1) ~ (4) を 85℃ に加熱し溶解させ、これに (5) ~ (7) を加え
 攪拌混合した。その後 (8) を攪拌混合し、容器に充填して口紅を調製した。そ
 の評価結果を下記「表 6」に示す。

【表 6】

	のび	つき	さらさら感	保湿感	化粧持ち
実施例 15	○	◎	◎	◎	◎

【0062】

(実施例 16:アイシャドー)

以下の成分配合率で、アイシャドーを調製した。

(1) タルク	21
(2) 白雲母	20
(3) 実施例 6 の多孔質薄片状無機物質	40
(4) 顔料	12
(5) スクワラン	4

(6) セチルー2-エチルヘキサノエート	1.9
(7) ソルビタンセスキオレート	0.8
(8) 防腐剤	0.1
(9) 香料	0.2 (重量%)

【0063】

成分(1)～(4)をヘンシェルミキサーで混合し、これに(5)～(9)を加熱混合したものを吹き付け、混合した後粉碎し、中皿に成型し、アイシャドーを調製した。その評価結果を下記「表7」に示す。

【0064】

【表7】

	のび	つき	さらさら感	保湿感	化粧持ち
実施例16	○	◎	◎	◎	◎

【0065】

【発明の効果】

この発明は、以上のように構成されていることから、つぎのような効果を奏する。この発明では、適当な粒径の無機コロイド粒子を含有するコロイド溶液を使用するので、容易、かつ、簡便に多孔質薄片状無機物質を製造することができる。また、コロイド溶液を薄片状に成形した後の熱処理条件（焼成温度および焼成時間）を適宜調製することにより、多孔質薄片状無機物質の細孔の状態を適宜調整することができる。さらに、無機コロイド粒子の種類を適宜選択および組み合わせることにより、多孔質薄片状無機物質の屈折率を一定範囲で自由に設計することができる。

【0066】

さらに、この多孔質薄片状無機物質を化粧料に配合することにより、化粧料の使用感すなわちのび、保湿感および化粧持ちなどを高め、かつ、給油量を適度に調整することができる。さらに、多孔質薄片状無機物質の屈折率を制御すること

により、化粧料の白浮きを防止しつつ、マット感または光輝感などの光学的効果が奏されるように調整できる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 多孔質に由来する種々の機能を発揮でき、かつ、凝集による取扱い性の低下などの問題を生じない多孔質薄片状無機物質、ならびに安価、かつ、簡便に多孔性薄片状無機物質を製造する方法を提供する。さらには、この多孔質薄片状無機物質の諸機能を有効に利用した化粧料を提供する。

【解決手段】 無機コロイド粒子を含有するコロイド溶液を基板に塗布し、乾燥固化させた後、前記基板から剥離させ、熱処理する多孔質薄片状無機物質の製造方法。無機コロイド粒子は、粒径が $5 \sim 500 \text{ nm}$ で、特定の金属酸化物を主成分とするものである。比表面積が $100 \sim 3,000 \text{ m}^2/\text{g}$ 、粒径が $5 \sim 500 \mu\text{m}$ 、厚さが $0.1 \sim 5 \mu\text{m}$ およびアスペクト比が $5 \sim 300$ の多孔質薄片状無機物質。ならびに、この多孔質薄片状無機物質を配合した化粧料。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-171010
受付番号	50200851393
書類名	特許願
担当官	第一担当上席 0090
作成日	平成14年 6月13日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 6月12日
-------	-------------

次頁無

特願 2002-171010

出願人履歴情報

識別番号

[000004008]

1. 変更年月日

1990年 8月22日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

氏 名

日本板硝子株式会社

2. 変更年月日

2000年12月14日

[変更理由]

住所変更

住 所

大阪府大阪市中央区北浜四丁目7番28号

氏 名

日本板硝子株式会社